

NOVEL TRIPHENYLENE DERIVATIVE, COMPOSITION CONTAINING THE DERIVATIVE AND OPTICALLY ANISOTROPIC MATERIAL CONTAINING THE COMPOSITION

Publication number: JP7306317

Publication date: 1995-11-21

Inventor: KAWADA KEN; NEGORO MASAYUKI; NISHIKAWA HIDEYUKI; OKAZAKI MASAKI

Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD

Classification:

- International: G02B5/30; C07C69/86; C07C69/92; C09K19/32; C09K19/38; G02B1/04; G02B5/30; C07C69/00; C09K19/32; C09K19/38; G02B1/04; (IPC1-7): G02B5/30; C09K19/32

- european:

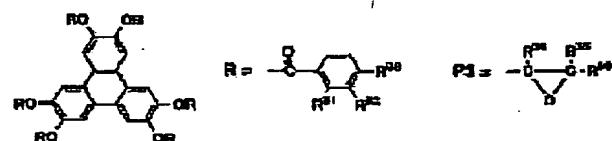
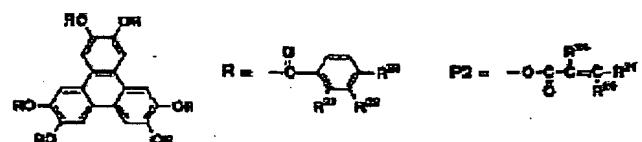
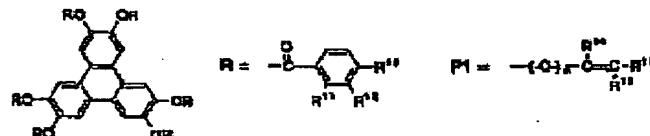
Application number: JP19940097443 19940511

Priority number(s): JP19940097443 19940511

[Report a data error here](#)

Abstract of JP7306317

PURPOSE: To provide a novel triphenylene derivative useful as a liq. crystal material and an optically anisotropic material contg. the derivative. CONSTITUTION: The derivative is a compd. shown by formulas I, II and III. In the formulas, each of R<1> and R<2> is independently hydrogen atom or methyl, R<3> is an alkoxy including a substituent P1, P2 or P3, each of R<14> to R<16>, R<24> to R<26> and R<34> to R<36> is independently hydrogen atom or an alkyl, and (n) is 0 or 1.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-306317

(43)公開日 平成7年(1995)11月21日

(51)Int.Cl.⁶G 0 2 B 5/30
C 0 9 K 19/32

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3 O.L (全21頁)

(21)出願番号 特願平6-97443

(22)出願日 平成6年(1994)5月11日

(71)出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 河田 繁

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

(72)発明者 根来 雅之

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

(72)発明者 西川 秀幸

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

最終頁に続く

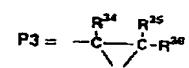
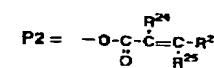
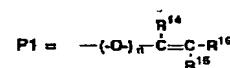
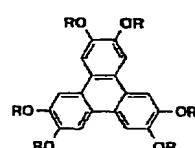
(54)【発明の名称】 新規なトリフェニレン誘導体、それを含む組成物およびそれを含む光学異方性材料

(57)【要約】

【目的】 液晶材料として有用な新規なトリフェニレン誘導体及びそれより成る光学異方性材料を提供すること。

【構成】 下記一般式で表される化合物。式中、R¹、R²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R³は置換基P¹、P²またはP³を含むアルコキシ基を表す。R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶、R²⁴、R²⁵、R²⁶、R³⁴、R³⁵、R³⁶各々独立に水素原子またはアルキル基を表す。nは0または1を表す。

【化1】



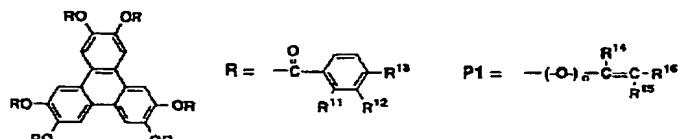
101593410

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(1)、一般式(2)または一般式(3)で表される化合物。

一般式(1)

【化1】

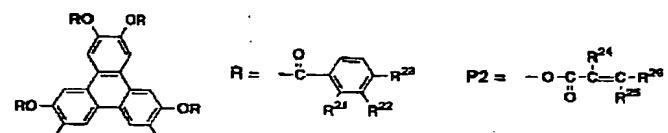


式中、R¹¹、R¹²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R¹³は上記置換基P1を含むアルコキシ基を表す。置換基P1のR¹⁴、R¹⁵、R¹⁶は各々独立に水素原

子またはアルキル基を表す。nは0または1を表す。

一般式(2)

【化2】

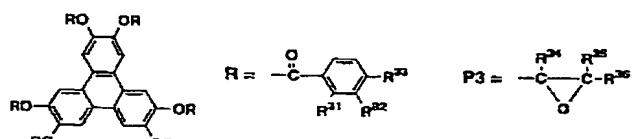


式中、R²¹、R²²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R²³は上記置換基P2を含むアルコキシ基を表す。置換基P2のR²⁴、R²⁵、R²⁶は各々独立に水素原

子またはアルキル基を表す。

一般式(3)

【化3】



式中、R³¹、R³²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R³³は上記置換基P3を含むアルコキシ基を表す。置換基P3のR³⁴、R³⁵、R³⁶は各々独立に水素原子またはアルキル基を表す。

なものは、C. Destraadeらの研究報告、M. L. Cryst. Liq. Cryst. 71巻、111頁(1981年)に記載されているように、例えばベンゼン誘導体、トリフェニレン誘導体、トルキセン誘導体、フタロシアニン誘導体、さらにB. Kohneらの研究報告、Angew. Chem. 96巻、70頁(1984年)に記載されたシクロヘキサン誘導体、J. M. Lehnらの研究報告、J. Chem. Soc. Chem. Commun., 1794頁(1985年)やJ. Zhang、J. S. Mooreらの研究報告、J. Am. Chem. Soc., 116巻、2655頁(1994年)に記載された種々のマクロサイクレン誘導体などが挙げられ、一般的にこれらを分子の中心の母核とし、直鎖のアルキル基やアルコキシ基、置換ベンゾイルオキシ基等がその側鎖として放射状に置換した構造である。

【請求項2】 請求項1に記載の化合物の少なくとも一種を含んで成る組成物。

【請求項3】 請求項1に記載の化合物または請求項2に記載の組成物から成る光学異方性材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は液晶材料として有用な新規な化合物であるトリフェニレン誘導体とそれを含む組成物またはそれより成る光学異方性材料に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、液晶表示素子はワードプロセッサー、パソコンコンピューター、テレビなどに広く用いられるようになり、それに関連する素材、装置などの産業活動が活発に行われている。液晶表示材料の根本をなす素材である液晶化合物についても活発な開発研究が行われ、数多くの化合物が開発してきた。これらの化合物は、表示素子に限らず種々の用途の開発に向け利用が考えられている。従来からよく知られ、よく利用されている棒状の液晶化合物に加え、最近では円盤状の液晶化合物、いわゆるディスコティック液晶化合物が注目を浴びるようになった。

【0003】 ディスコティック液晶化合物として代表的

【0004】 ディスコティック液晶相は、円板状分子の中心コアが分子間力で柱状に積み重なった柱状相(columnar phase)と、円板状分子が乱雑に凝集したディスコティックネマティック相と、カイラルディスコティックネマティック相に大別できることが知られている。しかし、W. H. de Jeu著のPhysical properties of liquid crystalline materials (1980 by Gordon and Breach, Science Publishers)に記載されてい

るようすに、柱状相はしばしば見出されるが、ディスコティックネマティック相は稀にしか見出されていない。

【0005】また、本発明のトリフェニレン系ディスコティック液晶が負の複屈折を有することは、B. Moreyらの研究報告 [Mol. Cryst. Liq. Cryst., 84巻, 193頁(1982年)] で明かにされているが、この性質を光学補償シートとして応用するためには、その薄膜を構成する分子全体を室温状態で統計的に一方向に並べることが必要である。しかも、ディスコティック液晶は従来の棒状分子からなる液晶と同様に、微視的には特定の方向性をもった配向領域(ドメイン)で構成され、巨視的には光学的異方性を示さないといわゆるマルチドメインを形成するという性質があるため、多くの場合にその薄膜は光学補償シートに利用できるほどの好ましい光学的特性を示さない。

【0006】ところで、液晶の代表的な構造である棒状の化合物において知られているように、その構造の微妙な違いで、形成される液晶相および各相間の転移温度はしばしば著しく変化する。このことは、棒状液晶化合物に限られることではなく、ディスコティック液晶化合物においても同様である。このような相転移温度の変化は化合物の混合によっても生じることが知られており、従って優れた混合物の発見もまた新規化合物の発見に劣らず重要である。必要とする液晶相、各相間の転移温度は、目的とする素子によって異なり、従って多種多様な化合物を用意することにより初めて選択の幅を広げることができ、種々の目的に対応することが可能になる。また、必要とする液晶相の状態を固定するために重合可能な官能基をその分子内に導入した化合物を提供することは、実用的な面からも非常に重要なことである。

【0007】しかしながら、ディスコティック液晶化合物においては、未だ多くの化合物が知られるには至っておらず、優れた混合物についてあまり知られていない

い。このことは特に魅力のある化合物であるトリフェニレン誘導体においても同じであり、C. Destraadeら著、J. Physique, 40巻、4号、C3-17(1979) およびC. Vauchierら著、Mol. Cryst. Liq. Cryst. 66巻、103頁(1981年)に数例記載されているのみであり、更に有用な混合物の発見が望まれている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は液晶材料として有用な新規なトリフェニレン誘導体、特に重合性の官能基を有する液晶性化合物とそれを含む混合物、及びそれより成る光学異方性材料を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】我々は、この点に関して、種々のディスコティック液晶について詳細に検討し、ディスコティックネマティック液晶相または一軸性の柱状相を形成する性質を有する液晶、なかでもトリフェニレン誘導体は、合成も容易で、光学素子として利用する上で有利なモノドメイン性のディスコティックネマティック相を形成し易く、魅力のある化合物であり、とりわけ下記一般式(1)、一般式(2)及び一般式(3)で表されるトリフェニレン系炭素骨格構造を有する化合物の薄膜が、光学異方性材料として好ましい特性をもっていることを見出し、本発明を完成するに至った。

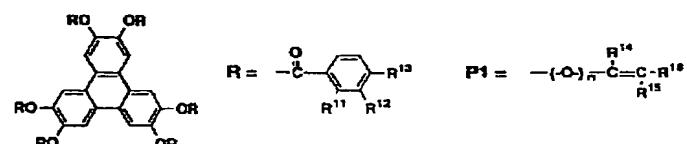
【0010】本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、

【1】下記一般式(1)、一般式(2)または一般式(3)で表される化合物により、本発明の目的が達成できることを見出した。

一般式(1)

【0011】

【化4】



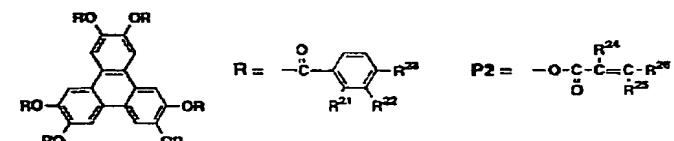
【0012】式中、R¹¹、R¹²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R¹³は上記置換基P1を含むアルコキシ基を表す。置換基P1のR¹⁴、R¹⁵、R¹⁶は各々独立に水素原子またはアルキル基を表す。nは0または

1を表す。

一般式(2)

【0013】

【化5】



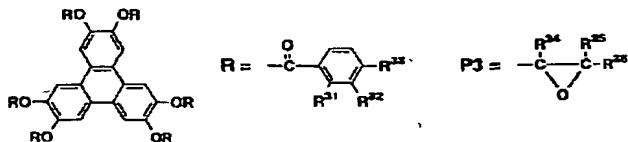
【0014】式中、R²¹、R²²は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、R²³は上記置換基P2を含むアルコキシ基を表す。置換基P2のR²⁴、R²⁵、R²⁶は各々

独立に水素原子またはアルキル基を表す。

一般式(3)

【0015】

【化6】



【0016】式中、 R^{31} 、 R^{32} は各々独立に水素原子またはメチル基を表し、 R^{33} は上記置換基P3を含むアルコキシ基を表す。置換基P3の R^{34} 、 R^{35} 、 R^{36} は各々独立に水素原子またはアルキル基を表す。また、〔2〕上記〔1〕記載の一般式(1)で表される化合物または上記一般式(2)で表される化合物または上記一般式(3)で表される化合物を少なくとも1種含んで成る組成物により、〔3〕上記〔1〕に記載された化合物または〔2〕に記載された組成物より成る光学異方性材料により、〔4〕上記〔3〕の光学異方性材料を用いた液晶表示素子用位相差膜により、本発明の目的が達成できることを見出した。

【0017】以下に、一般式(1)について、詳細に説明する。 R^{11} 、 R^{12} は、各々独立に水素原子またはメチル基を表す。 n が0の時は、置換基P1は不飽和の二重結合基を表す。その置換基 R^{14} 、 R^{15} は、各々独立に水素原子、アルキル基(例えばメチル、エチル、 n -ブロピル、イソブロピル、 n -ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、 R^{14} がメチル基で R^{15} が水素原子、または R^{14} 、 R^{15} が共に水素原子の組み合わせが好ましい。

【0018】置換基 R^{16} は水素原子、置換または無置換のアルキル基(例えばメチル、エチル、 n -ブロピル、イソブロピル、 n -ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、2-クロロエチル、3-メトキシエチル、メトキシエトキシエチルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、水素原子、低級アルキル基が好ましく、さらに水素原子が好ましい。

【0019】その末端置換基P1が置換して成るアルコキシ残基は、アルキレンオキシ基(例えばエチレンオキシ、プロピレンオキシ、ブチレンオキシ、ペンチレンオキシ、ヘキシレンオキシ、ヘプチレンオキシ)、アルキレンオキシ置換アルコキシ基(例えばエチレンオキシエトキシ)を表す。

キシ、ヘキシレンオキシ、ヘプチレンオキシなどのアルキレンオキシ基、またエチレンオキシエトキシなどのエーテル結合を含む置換アルキレンオキシ基)を表す。但し、末端置換基P1が直接芳香環に結合してもよい。

【0020】 n が1の時は、 R^{13} の末端置換基P1はいわゆるビニルエーテル基を表す、その置換基P1の置換基 R^{14} 、 R^{15} は、各々独立に水素原子、アルキル基(例えばメチル、エチル、 n -ブロピル、イソブロピル、 n -ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、 R^{14} がメチル基で R^{15} が水素原子、または R^{14} 、 R^{15} が共に水素原子の組み合わせが好ましい。

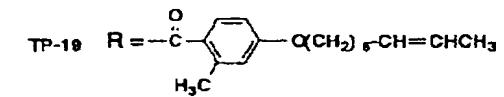
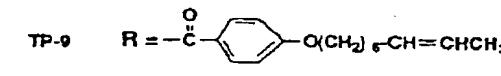
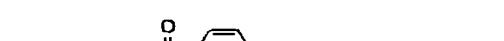
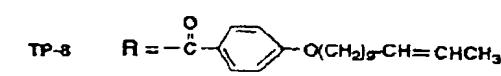
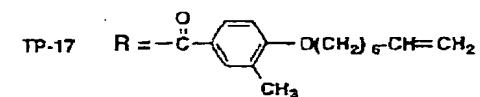
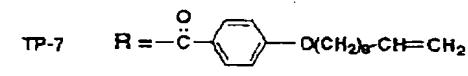
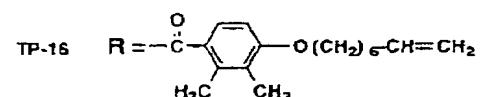
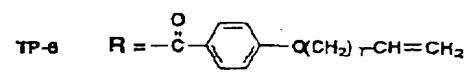
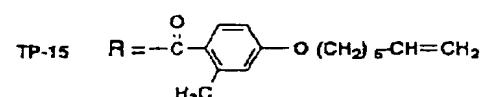
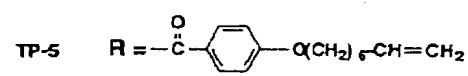
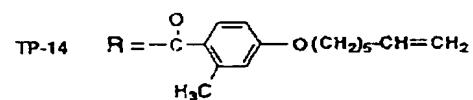
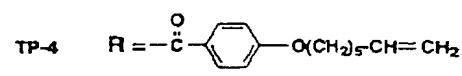
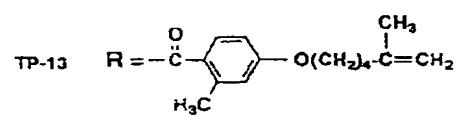
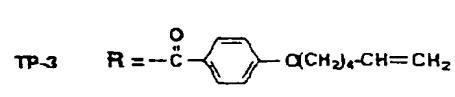
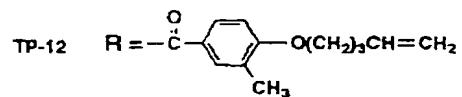
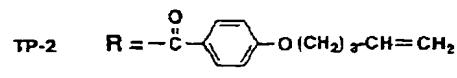
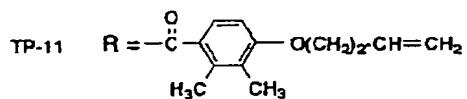
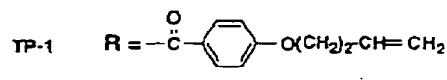
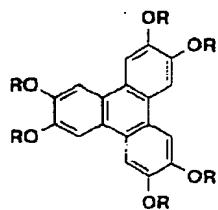
【0021】置換基 R^{16} は水素原子、置換または無置換のアルキル基(例えばメチル、エチル、 n -ブロピル、イソブロピル、 n -ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、2-クロロエチル、3-メトキシエチル、メトキシエトキシエチルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、水素原子、低級アルキル基が好ましく、さらに水素原子が好ましい。従って、置換基P1としては、一般には重合活性の高い官能基である無置換のビニルオキシ基が好ましく用いられる。

【0022】その末端置換基P1が置換して成るアルコキシ残基は、アルキレンオキシ基(例えばエチレンオキシ、プロピレンオキシ、ブチレンオキシ、ペンチレンオキシ、ヘキシレンオキシ、ヘプチレンオキシ)、アルキレンオキシ置換アルコキシ基(例えばエチレンオキシエトキシ)を表す。

【0023】以下に、一般式(1)で表される本発明の化合物の具体例を示すが、これによって本発明が限定されることはない。

【0024】

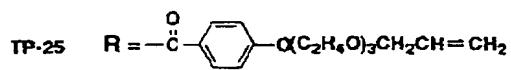
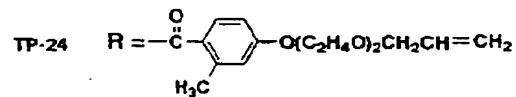
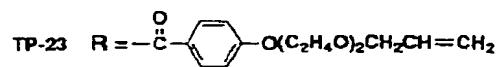
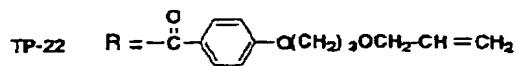
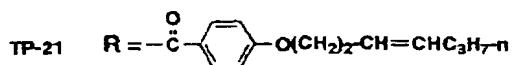
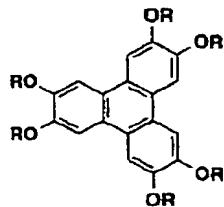
【化7】

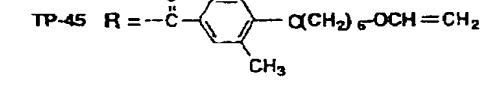
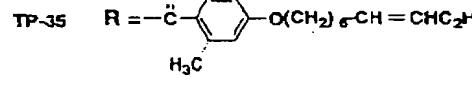
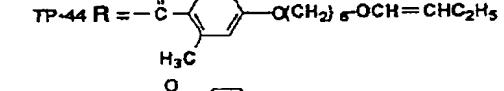
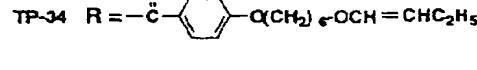
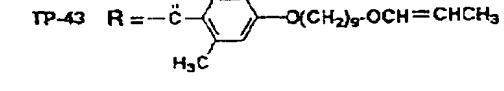
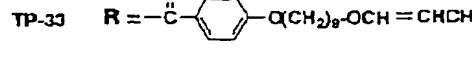
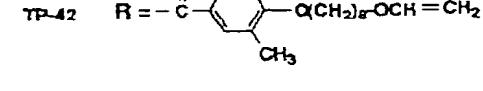
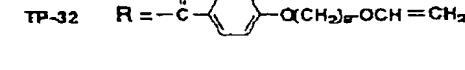
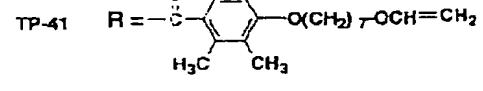
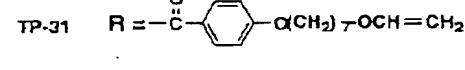
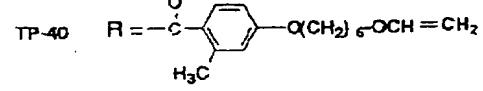
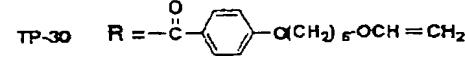
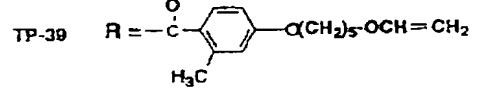
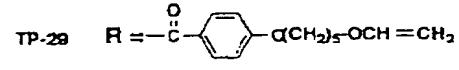
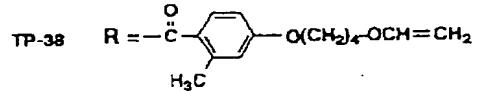
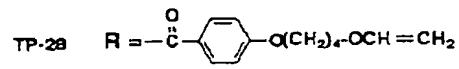
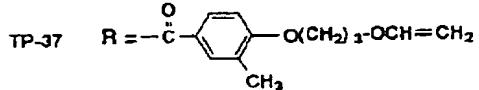
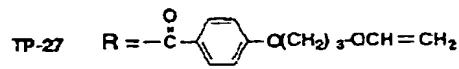
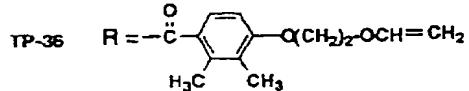
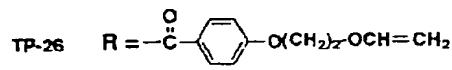
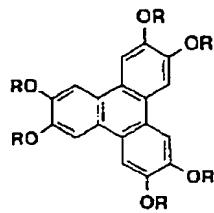


【0025】
【化8】

【0026】

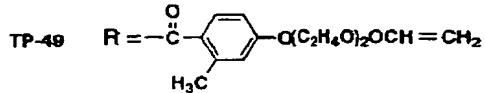
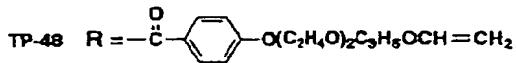
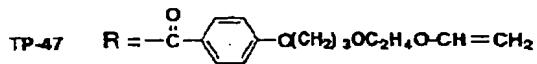
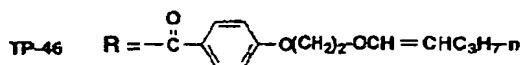
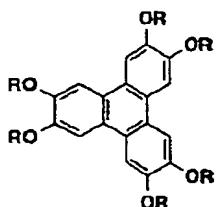
【化9】





【0027】

【化10】



【0028】次に、一般式(2)について、詳細に説明する。R²¹、R²²は、各々独立に水素原子またはメチル基を表す。

【0029】R²³の末端置換基P2はいわゆるアクリル基を表す。その置換基P2の置換基R²⁴、R²⁵は、各々独立に水素原子、アルキル基（例えばメチル、エチル、

n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。）を表し、R²⁴がメチルでR²⁵が水素原子、またはR²⁴、R²⁵が共に水素原子の組み合わせが好ましい。

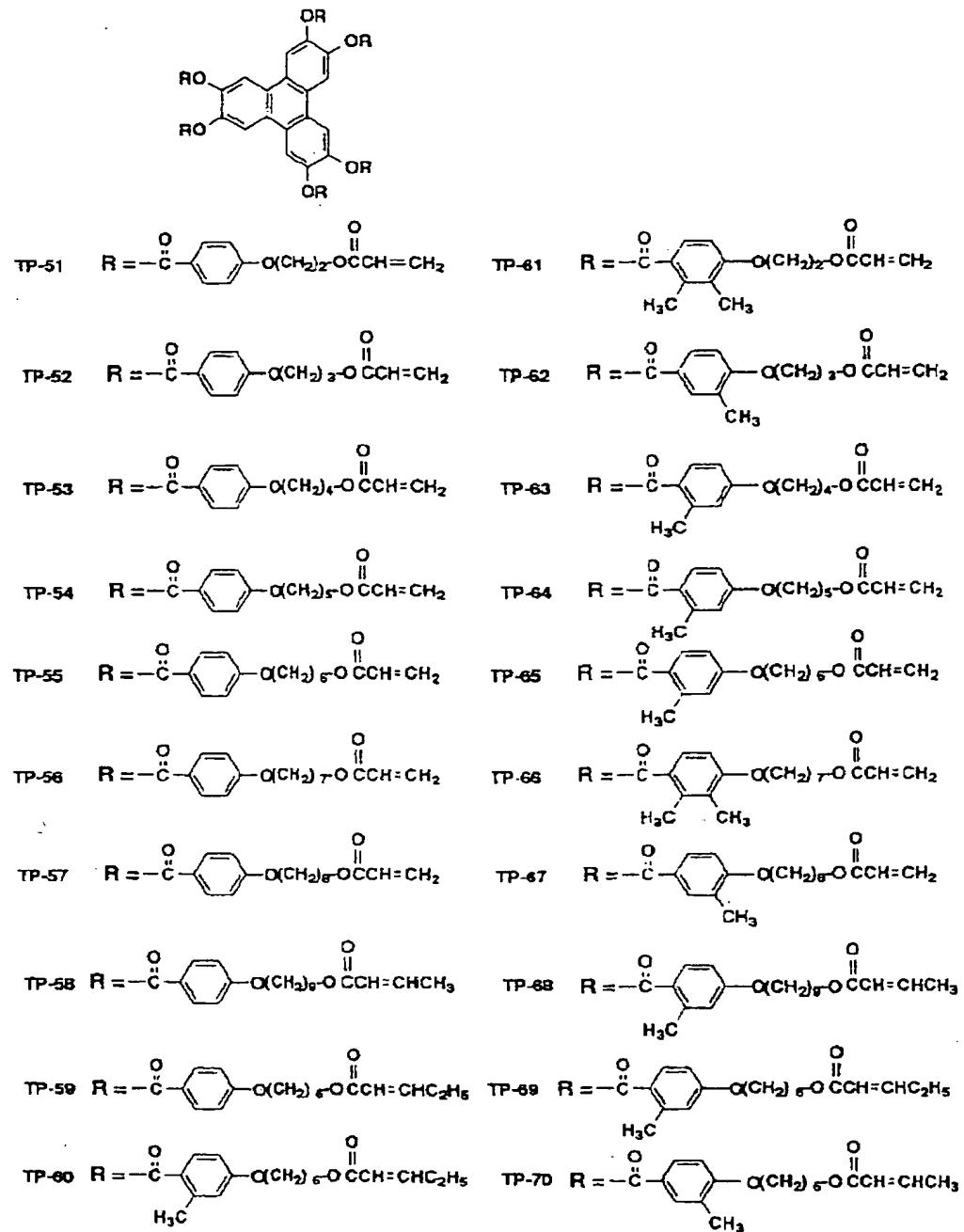
【0030】置換基R²⁶は水素原子、置換または無置換のアルキル基（例えばメチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、2-クロロエチル、3-メトキシエチル、メトキシエトキシエチルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。）を表し、水素原子が好ましい。従つて、置換基P2としては、一般には無置換のアクリルオキシ基、メタクリルオキシ基、クロトニルオキシなどの重合活性の高い官能基が好ましく用いられる。

【0031】その末端置換基P2が置換して成るアルコキシ残基は、アルキレンオキシ基（例えばエチレンオキシ、プロピレンオキシ、ブチレンオキシ、ペンチレンオキシ、ヘキシレンオキシ、ヘプチレンオキシなどのアルキレンオキシ基、またエチレンオキシエトキシなどのエーテル結合を含む置換アルキレンオキシ基）を表す。

【0032】以下に、一般式(2)で表される本発明の化合物の具体例を示すが、これによって本発明が限定されることはない。

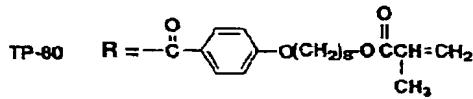
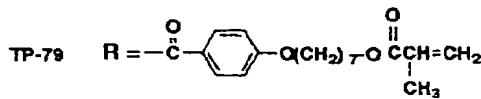
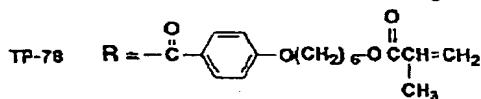
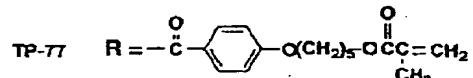
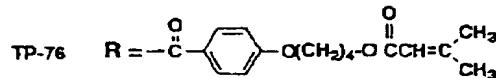
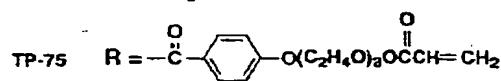
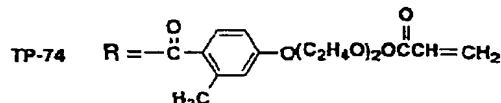
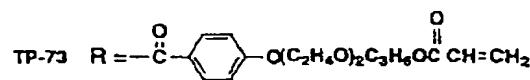
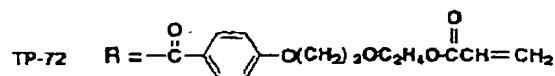
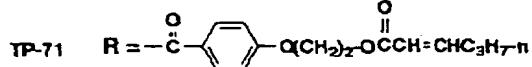
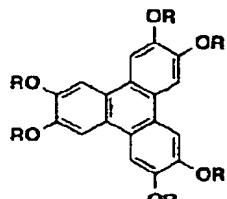
【0033】

【化11】



【0034】

【化12】



【0035】次に、一般式(3)について、詳細に説明する。R³¹、R³²は、各々独立に水素原子またはメチル基を表す。

【0036】R³³の末端置換基P3はいわゆるオキシラン基を表す。その置換基P3の置換基R³⁴、R³⁵は、各々独立に水素原子、アルキル基(例えばメチル、エチル、n-ブロピル、イソブロピル、n-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、R³⁴、R³⁵がともに水素原子が好ましい。

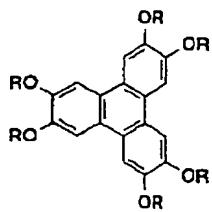
【0037】置換基R³⁶は水素原子、置換または無置換のアルキル基(例えばメチル、エチル、n-ブロピル、イソブロピル、n-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、2-クロロエチル、3-メトキシエチル、メトキシエトキシエチルが挙げられ、メチル、エチルなどの低級アルキル基が好ましく、さらにメチルが好ましい。)を表し、水素原子またはメチル、エチル、n-ブロピルなどの低級アルキル基が好ましい。

【0038】その末端置換基P3が置換して成るアルコキシ残基は、アルキレンオキシ基(例えばエチレンオキシ、プロピレンオキシ、ブチレンオキシ、ペンチレンオキシ、ヘキシレンオキシ、ヘプチレンオキシ)、アルキレンオキシ置換アルコキシ基(例えばエチレンオキシエトキシ)を表す。

【0039】以下に、一般式(3)で表される本発明の化合物の具体例を示すが、これによって本発明が限定されることはない。

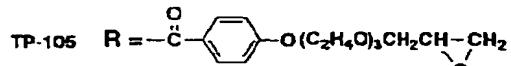
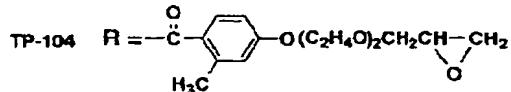
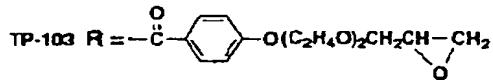
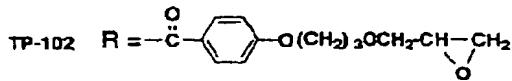
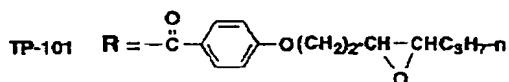
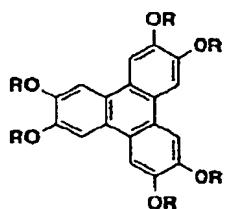
【0040】

【化13】



TP-81	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-91	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_2\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-82	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-92	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-83	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-93	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2$
TP-84	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_5\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-94	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_5\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-85	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-95	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_6\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-86	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_7\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-96	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_7\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-87	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_8\text{CH}-\text{CH}_2$	TP-97	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_8\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-88	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_9\text{CH}-\text{CHCH}_3$	TP-98	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}-\text{CH}_2$
TP-89	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_9\text{CH}-\text{CHCH}_3$	TP-99	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_2\text{O}(\text{CH}_2)_9\text{CH}-\text{CHCH}_3$
TP-90	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_9\text{CH}-\text{CHC}_2\text{H}_5$	TP-100	$\text{R} = -\text{C}(=\text{O})\text{C}_6\text{H}_4\text{O}(\text{CH}_2)_9\text{CH}-\text{CH}_2$

【0041】
【化14】



【0042】本発明のトリフェニレン誘導体とは、一般的には、一般式(1)、一般式(2)や一般式(3)に示す様にベンゼン環の周囲にさらに3つのベンゼン環が放射状に結合した構造を指し、報告されている液晶化合物の中では、アルコキシ基、アルカノイルオキシ基、ベンゾイルオキシ基が、2, 3, 6, 7, 10, 11一位に置換した化合物がほとんどである。そしてこのトリフェニレン誘導体の特徴は、他のディスコティック液晶に比べてモノドメイン性のディスコティックネマティック相を形成しやすいことである。光学的に異方性であるためには、少なくとも光軸がある方向に傾いている必要があり、そのためには液晶の一般的な性質とも言えるマルチドメインの形成を抑制してモノドメイン性の液晶相の形成が必要である。従って、モノドメイン性のディスコティックネマティック相を形成しやすいトリフェニレン誘導体は、上記の理由で光学異方性としての可能性が相対的に大きな化合物群であると考えられる。

【0043】次に請求項4に記載した組成物に関して、すなわち本発明の液晶性化合物は単独で用いられるだけでなく、混合物としても有用な性質を発揮させうることを述べる。本発明における我々の目的は、冒頭に述べたごとく、有用な液晶性化合物を提供することにあるが、より具体的な目的の一つは、本発明の液晶性化合物をモノドメイン性の光学的に一軸の配向状態をとらせることにより、光学的に有意な機能を発現させ、それを光学機能素子として提供することにある。

【0044】そのような光学機能素子としての様々な要

求を、単独の液晶で全て満足することは、必ずしも容易ではない。例えば、ある特定の好ましい液晶相をとる相転移温度が高すぎて用いられる支持体の種類が限られたり、その液晶相が熱的に不安定であり耐久性が不満足であったり、光学軸の傾斜角が好ましい角度でなく最良の光学特性が得られなかつたりする場合がある。そのような際に、我々は本発明の液晶性化合物、冒頭にも述べたように、似た構造にあるその他の円盤状液晶化合物、また円盤状化合物に限らず、従来の棒状ネマティック液晶性化合物あるいはコレステリック液晶性化合物を混合することによってその物性を調節できることを見出した。

【0045】また、混合する化合物は、液晶性もしくは非液晶性の高分子化合物だけでなく、種々の低分子化合物も用いられる。高分子化合物としては例えば、ポリメチルメタアクリレート、アクリル酸・メタクリル酸共重合体、ステレン・無水マレイミド共重合体、ポリビニルアルコール、N-メチロールアクリルアミド、ステレン、ビニルトルエン共重合体、クロロスルホン化ポリエチレン、ニトロセルロース、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリオレフィン、ポリエステル、ポリイミド、酢酸ビニル・塩化ビニル共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、シリレート系ポリマーや種々の液晶ポリマー等が挙げられる。

【0046】また、低分子化合物としては、重合性基を有する上記高分子物質を形成するに用いられたモノマーが好ましく用いられる。例えばエチレングリコール-1, 4-ジアクリレート、エチレングリコール-1, 4-ジグリシジルエーテルや市販の紫外線硬化樹脂モノマーが挙げられる。その他、カチオン系、アニオン系、ノニオン系の界面活性剤も用いられる。

【0047】一般式(1)、一般式(2)あるいは一般式(3)で表される化合物と上記の化合物との組成物における混合比は、好ましくは一般式(1)、一般式(2)あるいは一般式(3)で表される化合物の含有量として重量比50%以上100%未満であり、さらに好ましくは60%以上100%未満である。

【0048】以下、図面を用いてTN型液晶表示素子を例にとり本発明の光学異方性材料すなわち液晶表示素子用位相差膜の作用を説明する。図1、図2は、液晶セルにしきい値電圧以上の十分な電圧を印加した場合の液晶セル中を伝搬する光の偏光状態を示したものである。コントラストの視野角特性には、特に電圧印加時の光の透過率特性が大きく寄与するため、電圧印加時を例にとり説明する。図1は、液晶セルに光が垂直に入射した場合の偏光状態を示した図である。自然光LOが偏光軸PAをもつ偏光板Aに垂直に入射したとき、偏光板PAを透過した光は、直線偏光L1となる。

【0049】TN型液晶セルに十分な電圧を印加した時の液晶分子の配列状態を、概略的に一つの液晶分子でモ

デル的に示すと、概略図中LCのようになる。液晶セルLC S中の液晶分子LCの分子長軸が光の進路と平行な場合、入射面（光の進路に垂直な面内）での屈折率の差が生じないので、液晶セル中を伝搬する常光と異常光の位相差は生じずLCセルを通過した直線偏光は液晶セルを透過しても直線偏光のまま伝搬する。偏光板Bの偏光軸PBを偏光板Aの偏光軸PAと垂直に設定すると、液晶セルを透過し他直線偏光L2は偏光板Bを透過することができず、暗状態となる。

【0050】図2は、液晶セルに光が斜めに入射した場合の光の偏光状態を示した図である。入射光の自然光L0が斜めに入射した場合、偏光板Aを透過した偏光L1はほぼ直線偏光になる（実際の場合、偏光板の特性により楕円偏光になる）。この場合、液晶の屈折率異方性により液晶セルの入射面において屈折率の差が生じ、液晶セルを透過する光L2は楕円偏光しており偏光板Bでは完全に遮断されない。このように、斜方入射においては暗状態での光の遮断が不十分となり、コントラストの大幅な低下を招き、好ましくない。

【0051】本発明は、この様な斜方入射におけるコントラストの低下を防ぎ、視角特性を改善しようとするものである。図3に本発明による構成の一例を示した。偏光板Bと液晶セルとの間に、液晶セルの法線方向から傾いた光学軸をもつ光学異方性材料RFが配置されている。この光学異方性材料RFは光学軸に対して光が入射する角度が大きくなる程大きく偏光する複屈折体である。この様な構成の液晶表示素子に図2の場合と同様に光が斜方入射し液晶セルを透過した楕円偏光L2は、光学異方性材料RFを透過する時の位相遅延作用によって楕円偏光がもとの直線偏光に変調され、種々の斜方入射においても同一な透過率が得られる視角依存性のない良好な液晶表示素子が実現できた。

【0052】本発明によって、液晶表示素子の視野角を大幅に向上できたことについては以下のように推定している。TN-LCDの多くは、ノーマリー・ホワイトモードが採用されている。このモードでは、視野角を大きくすることに伴って、黒表示部からの光の透過率が著しく増大し、結果としてコントラストの急激な低下を招いていることになる。黒表示は電圧印加時の状態であるが、この時には、TN型液晶セルは、光学軸が、セルの表面に対する法線方向から若干傾いた正の一軸性光学異方体とみなすことができる。また、中間階調の場合には、その光学軸は更にLCセルの法線方向から傾いていくものと思われる。

【0053】液晶セルの光学軸が液晶セルの表面に対する法線方向から傾いている場合、光学軸が法線方向にある光学異方体では、その補償が不十分であることが予想される。また、液晶セルが正の一軸性光学異方体と見なせるのであれば、それを補償するためには負の一軸性光学異方体が好ましい。このような理由から本発明における

光学軸が法線方向から傾いた負の一軸性光学異方体によって大幅な視野角特性が改善されたものと推定する。

【0054】本発明における負の一軸性とは、光学異方性を有するシートの3軸方向屈折率を、その値が小さい順に $n\alpha$ 、 $n\beta$ 、 $n\gamma$ としたとき、 $n\alpha < n\beta = n\gamma$ の関係を有するものである。従って光学軸方向の屈折率が最も小さいという特性を有するものである。但し $n\beta$ と $n\gamma$ の値は厳密に等しい必要はなく、ほぼ等しければ十分である。具体的には、 $n\beta - n\gamma / n\beta - n\alpha < 0.2$ であれば実用上問題ない。また、 TFT、 TN型液晶セルの視野角特性を大幅に改善する条件としては、光学軸はシート面の法線方向から5度～50度傾いていることが好ましく、10度～40度がより好ましく、10度～30度が最も好ましい。更に、シートの厚さをDとした時、 $100 < (n\beta - n\alpha) \times D < 400$ nmの条件を満足することが望ましい。

【0055】本発明の該ディスコティック液晶を用いて構成される光学異方性材料は、ディスコティック液晶のみで構成されていても良いが、一般的には、支持体上に所望の光学異方性を発現した液晶層が少なくとも一層設けられたもので、用途に応じて液晶層の上下もしくは液晶層間に保護膜もしくは支持体が存在してよい。

【0056】また、本発明の光学異方性材料を構成する該ディスコティック液晶は、単独でも混合してもよい。特に適切な液晶の混合によって、相転移温度の調節、液晶相の光学的な構造形態の制御及び製膜性の改善などが効果的に行われることが多い。

【0057】支持体素材は光透過率が良好であることに加えて、光学的等方性に近いことが望ましい。従って、ガラスやゼオネックス（日本ゼオン）、ARTON（日本合成ゴム）、フジタック（富士フィルム）などの商品名で売られている固有複屈折値が小さい素材から形成された支持体が好ましい。しかし、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン等の固有複屈折値が大きな素材であっても、製膜時に分子配向を制御することによって光学的に当方的な支持体を形成することも可能であり、それらも好適に利用される。

【0058】保護膜用素材としては、例えば、ポリメチルメタアクリレート、アクリル酸・メタクリル酸共重合体、ステレン・無水マレイミド共重合体、ポリビニルアルコール、N-メチロールアクリルアミド、ステレン・ビニルトルエン共重合体、クロロスルホン化ポリエチレン、ニトロセルロース、ポリ塩化ビニル、塩素化ポリオレフィン、ポリエステル、ポリイミド、酢酸ビニル・塩化ビニル共重合体、エチレン・酢酸ビニル共重合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート等の高分子物質；及びシランカップリング剤などの有機物質を挙げることができる。また、 ω -トリコサン酸、ジオク

タデシルジメチルアンモニウムクロライド及びステアリン酸メチルなどのラングミュア・プロジェクト法(LB法)により形成される累積膜も用いることができる。

【0059】また、予め支持体上に設けられた保護膜は、液晶層形成時の分子配向にしばしば大きな影響を与えることは、棒状液晶の場合にはよく知られた事実であり、無機または有機の配向膜がほとんど必ず用いられている。これは、本発明でも好ましく用いられる技術の一つであり、金属斜方蒸着膜としてはSiO斜方蒸着膜が、また有機配向膜としてはラビングされたポリイミド膜が代表的なものであるが、その他ラビングした変性ポバールやラビングしたシリル化剤で処理したガラス基板またはラビングしたゼラチン膜、ラビングしたガラス基板などが用いられる。

【0060】基板上に塗設されたディスコティック液晶を斜めに配向させる上記以外の方法として、磁場配向や電場配向がある。この方法においてはディスコティック液晶を基板に塗設後、所望の角度に磁場あるいは電場をかけるゾーンが必要であるが、そのゾーン自体をディスコティックネマティック相が形成される温度に調整しておく必要がある。

【0061】本発明の光学異方性材料を構成する該液晶層は、蒸着法やスピンドルコート、ディップコート、エクストルージョンコートなどの塗布法により支持体上に薄膜

として形成できる。特に、本発明の該液晶では、塗布の段階で、塗布の方向に光学軸が揃う傾向がしばしば観察される。

【0062】従って、少なくとも片方の界面が気相と接した状態即ち一般的な塗布法により適当な支持体上に該液晶薄膜を形成し、乾燥後、カラム層形成温度範囲内の温度で、ディスコティックネマティック相または一軸性の柱状相を形成させつつ一定時間熱処理し、その後冷却することによって所望の光学特性をもつ光学異方性材料を得ることができる。

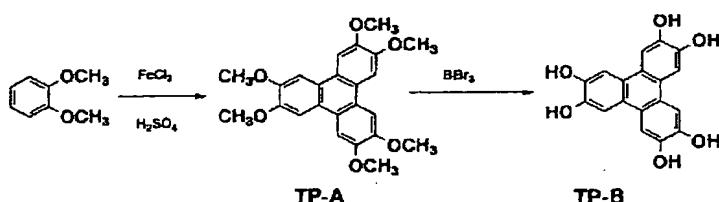
【0063】

【実施例】以下に、本発明に用いられる液晶化合物の合成例、該液晶化合物及びそれを含む組成物を用いた光学異方性材料の作成例及びその性能の評価例を記載する。

【0064】本発明の液晶化合物は、一般に下記の経路で合成した。すなわち、1,2-ジメトキシベンゼンを出発原料としたヘキサヒドロキシトリフェニレンの合成と側鎖置換基の酸塩化物あるいは混合酸無水物の合成及びそれらの縮合であり、本実施例ではヘキサヒドロキシトリフェニレンと本発明のTP-5、TP-29、TP-55、TP-85の合成経路を下記に例示する。

【0065】

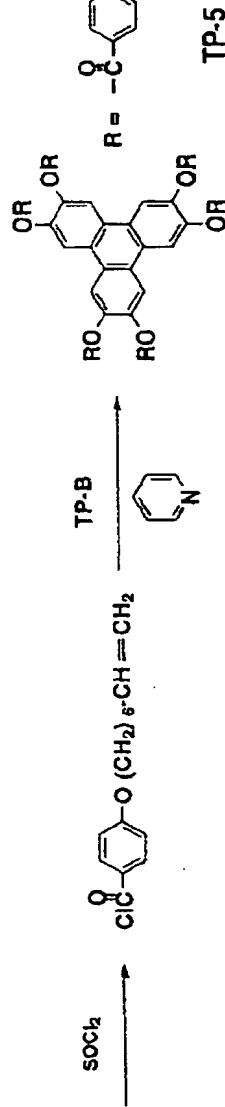
【化15】



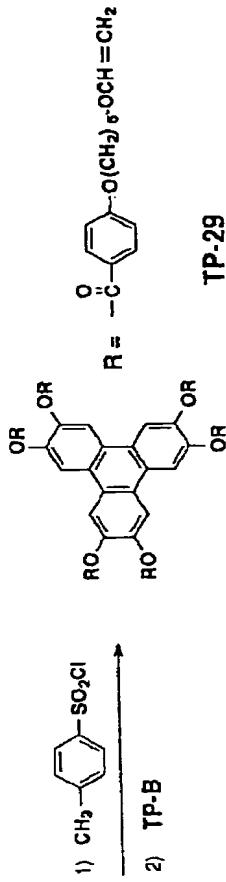
【0066】

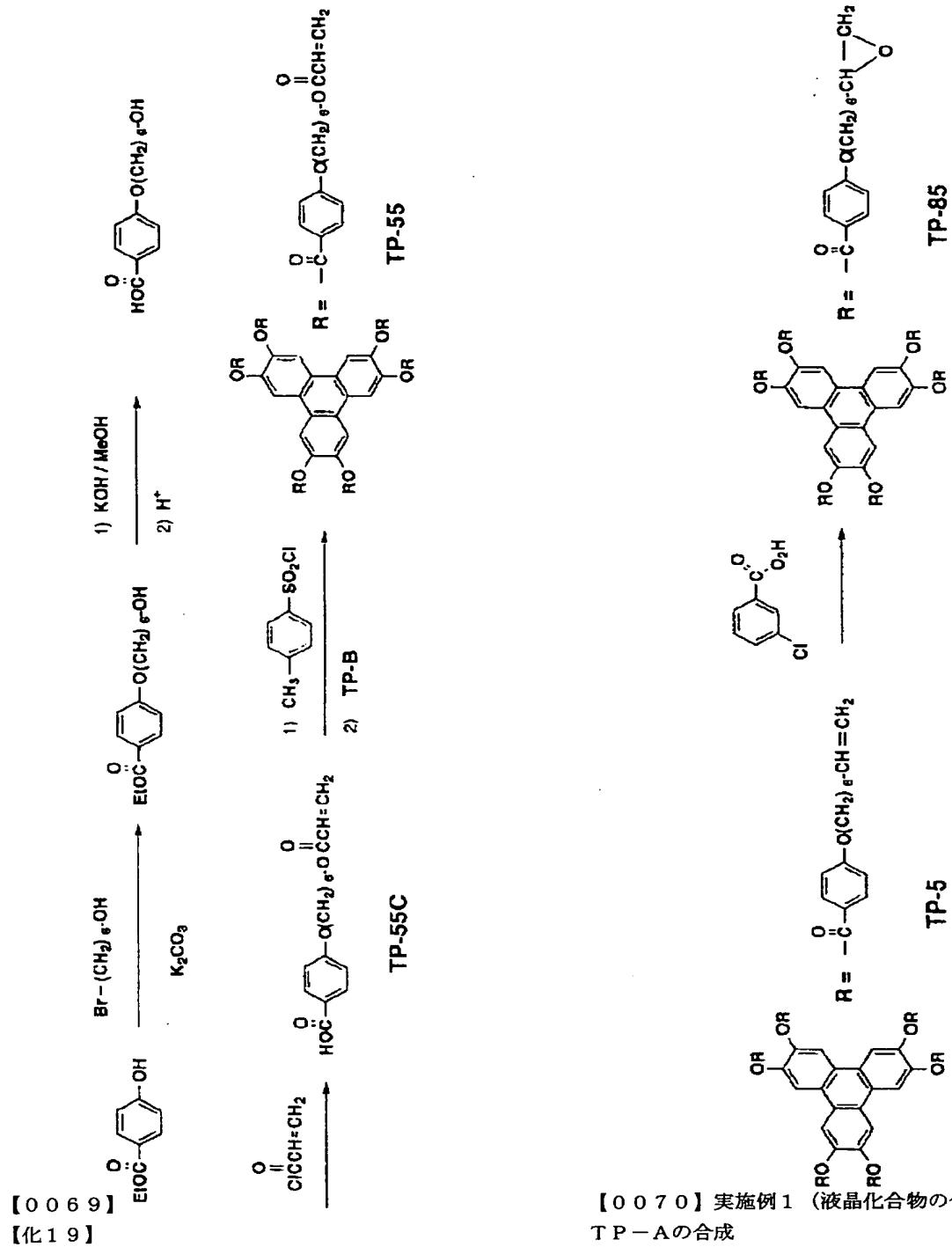
【化16】

【0067】
【化17】



【0068】
【化18】





【0070】実施例1 (液晶化合物の合成)

TP-Aの合成

2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサメトキシトリフェニレン (TP-A) の合成

氷冷した2Lの三つロフラスコに、硫酸第二鉄の6水塩を455gと温水193mLを入れ、メカニカルスタラーで激しく攪拌し、完全に溶解させた後、1, 2-ジメトキシベンゼンを58.7gを添加した。次に水冷下、濃硫酸882mLを徐々に添加した。24時間後、氷水9L中に徐々に注ぎ、5時間後、反応混合物をグラスフ

イルターで濾過し、TP-Aの粗結晶48.1g(83%)を得た。

TP-Bの合成

2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサヒドロキシトリフェニレン (TP-B) の合成

48.1gのTP-Aを850mLのジクロロメタン中に懸濁させ、三臭化ホウ素150gを徐々に添加した。2時間後、氷水7L中に注ぎ、セライト濾過を行った。セライトを含む目的物を取り出し、メタノールに再溶解させ、濾過した後、その濾液を減圧濃縮した。得られた残査を減圧濾過し、アセトニトリルとジクロロメタンの混合溶媒で洗浄し、目的物32.7g(86%)を得た。

TP-5の合成

4-(7-オクテニルオキシ) 安息香酸 (TP-5C) の合成

500mLの三口フラスコに、p-ヒドロキシ安息香酸33.2g、8-ブロモ-1-オクテン57.3g、炭酸カリウム41.5g及びN, N-ジメチルアセトアミド200mLを入れ、120°Cで5時間攪拌した。冷却後、反応混合物を水200mLに注ぎ、500mLの酢酸エチルで抽出し、水100mLで2回洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥後、濾過を行った。溶媒を減圧濃縮後、メタノール100mLに溶解し、水酸化カリウム16.8gのメタノール溶液20mLを徐々に滴下し、2時間加熱還流した。冷却後、生じた結晶を減圧濾過し、水で洗浄した。乾燥後、TP-5Cを63.3g(85%)を得た。

2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサ(4-(7-オクテニルオキシ)ベンゾイルオキシ)トリフェニレン (TP-5) の合成

100mLの三口フラスコに4.5gのTP-5Cと5mLの塩化チオニルを入れ、2時間加熱還流した。反応終了後、過剰の塩化チオニルを減圧下留去した。これに、0.7gのTP-Bと20mLのピリジンを添加し、室温で4時間攪拌した。減圧下、過剰のピリジンを留去後、シリカゲルクロマトグラフィーを用いて精製し、TP-5を2.73g(75%)を得た。

TP-5の同定データ

IR (cm⁻¹) : 3080, 2940, 2860, 1740, 1605, 1580, 1510, 1470

1420, 1315, 1250, 1170, 1120, 1070, 1010, 900, 840, 760, 695

DSC及び偏光顕微鏡観察による相転移温度測定

結晶相 - 112°C - N_d液晶相 - 180°C - 等方性液体

【0071】TP-29の合成

4-(5-ビニルオキシペンチルオキシ) 安息香酸 (TP-29C) の合成

500mLの三口フラスコに、P-ヒドロキシ安息香酸エチル33.2g、5-ブロモベンチルビニルエーテル

58.0g、炭酸カリウム41.5g及びN, N-ジメチルアセトアミド200mLを入れ、120°Cで5時間攪拌した。冷却後、反応混合物を水200mLに注ぎ、500mLの酢酸エチルで抽出し、水100mLで2回洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥後ろ過を行った。溶媒を減圧濃縮後、メタノール100mLに溶解し、水酸化カリウム16.8gのメタノール溶液20mLを徐々に滴下し2時間加熱還流した。冷却後、生じた結晶を濾別し、結晶を水1Lに溶解した。濃塩酸25.7mLを加え、析出した結晶を減圧ろ過し、水で洗浄した。乾燥後、4-(5-ビニルオキシペンチルオキシ)安息香酸を64.3g(TP-29C)(90%)を得た。

【0072】2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサ(4-(5-ビニルオキシペンチルオキシ)ベンゾイルオキシ)トリフェニレン (TP-29) の合成

300mLの三口フラスコに、5.72gのTP-29C、トリエチルアミン6.7mL、1, 2-ジメトキシエタン60mLを入れ、0°Cでメタンスルホン酸クロリド2.75gをゆっくり滴下しそのまま2時間攪拌した。室温にもどし、4-ジメチルアミノピリジン0.3g、TP-B 0.65gを加え6時間攪拌した。反応混合物をろ過し、濾液を減圧濃縮後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーを用いて精製しTP-29を2.8g(82%)を得た。

TP-29の同定データ

IR (cm⁻¹) : 2960, 2955, 2880, 1765, 1690, 1625, 1605, 1520, 1495, 1480, 1435
1420, 1375, 1360, 1290, 1260, 1220, 1195, 1140, 1110, 1080, 1050, 1030, 880, 810, 780, 740

【0073】TP-5の合成

4-(6-アクリロイルオキシヘキシルオキシ) 安息香酸 (TP-55C) の合成

500mLの三口フラスコに、P-ヒドロキシ安息香酸エチル33.2g、6-ブロモヘキサノール54.3g、炭酸カリウム41.5g及びN, N-ジメチルアセトアミド200mLを入れ、120°Cで5時間攪拌した。冷却後、反応混合物を水200mLに注ぎ、500mLの酢酸エチルで抽出し、水100mLで2回洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥後ろ過を行った。溶媒を減圧濃縮後、メタノール100mLに溶解し、水酸化カリウム16.8gのメタノール溶液20mLを徐々に滴下し2時間加熱還流した。冷却後、生じた結晶を濾別し、結晶を水1Lに溶解した。濃塩酸25.7mLを加え、析出した結晶を減圧ろ過し、水で洗浄した。乾燥後、4-(6-ヒドロキシヘキシルオキシ)安息香酸を61.5g(86%)を得た。300mLの三口フラスコに、4-(6-ヒドロキシヘキシルオキシ)安息香酸9.53g、N, N-ジメチルアニリン5.33g、ジオキサン100mLを入れ、60°Cでアクリル酸クロリ

ド 3. 98 g をゆっくり滴下し、6時間攪拌した。冷却後、氷水 200 mL に注ぎ、析出した結晶を吸引ろ過しヘキサンで洗浄、乾燥後、TP-55C を 9.4 g (80%) 得た。

【0074】 2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサ (4- (6-アクリロイルオキシヘキシルオキシ) ベンゾイルオキシ) トリフェニレン (TP-55) の合成

300 mL の三口フラスコに、5.67 g の TP-55C、トリエチルアミン 6.7 mL、1,2-ジメトキシエタン 60 mL を入れ、0°C でメタンスルホン酸クロリド 2.75 g をゆっくり滴下しそのまま 2 時間攪拌した。室温にもどし、4-ジメチルアミノピリジン 0.3 g、TP-B0.65 g を加え 6 時間攪拌した。反応混合物をろ過し、濾液を減圧濃縮後、シリカゲルカラムクロマトグラフィーを用いて精製し TP-55 を 3.2 g (80%) 得た。

【0075】 TP-55 の同定データ

IR (cm⁻¹) : 2950, 2870, 1740, 1730, 1610, 1605, 1585, 1520, 1480, 1430
1415, 1375, 1320, 1300, 1260, 1200, 1180, 1130, 1080, 1010, 990, 905, 850
820, 760, 700

DS C 及び偏光顕微鏡観察による相転移温度測定

結晶相 - 132°C - D_x 液晶相 - 143°C - N_d
液晶相 - 227°C - 等方性液体

【0076】 TP-85 の合成

TP-85 は TP-5 を出発原料として合成した。

2, 3, 6, 7, 10, 11-ヘキサ (4- (7, 8-エポキシオクチルオキシ) ベンゾイルオキシ) トリフェニレン (TP-85) の合成

100 mL の三口フラスコに 3.67 g の TP-5 と m-クロロ過安息香酸 6.33 g 及びトルエン 30 mL を入れ、60°C で 2 時間攪拌した。冷却後、析出した m-クロロ過安息香酸を除去し、シリカゲルクロマトグラフィーを用いて精製し、TP-85 を 3.17 g (82%) 得た。

TP-85 の同定データ

IR (cm⁻¹) : 3050, 2940, 2850, 1740, 1605, 1580, 1510, 1470, 1420, 1320
1250, 1170, 1120, 1070, 1010, 900, 840, 760, 695

DS C 及び偏光顕微鏡観察による相転移温度測定

結晶相 - 114°C - N_d 液晶相 - 220°C - 等方性液体

【0077】 実施例 2 (液晶化合物を含む組成物)

以下、本発明の液晶化合物を含む組成物の含率による相転移挙動の変化について説明する。ガラス基板 (サイズ 25 mm × 25 mm) 上に配向膜としてポリアミック酸 (日産化学 (株) 製 SE-7210) を塗布し、180°C に焼成してポリイミド膜とした。これをラビング機によりラビングして、配向能を付与した。次に、表 1 に示す割合で、本発明の液晶性化合物と他の有機化合物 2 種を混合し、これをメチルエチルケトンの 10 wt% 溶液とし、上記配向膜上にスピンドルコーターにより 1000 rpm で塗布して乾燥させた。それをメトラー社製 FP82 HT ホットステージ上で加熱しながら、その相変化挙動を偏光顕微鏡下の光学形態の変化から観察した。その結果を表 1 に示す。

【0078】

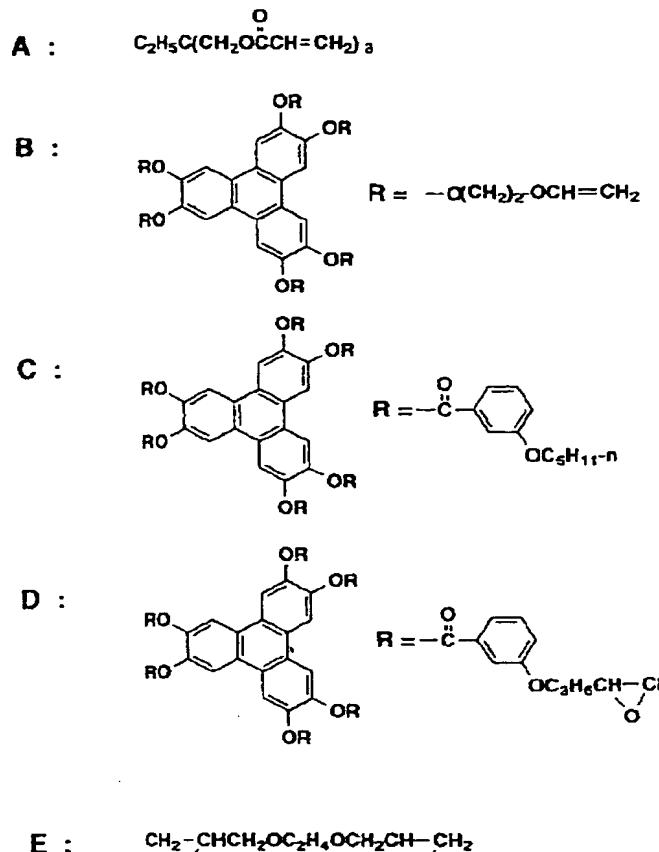
【表 1】

組成物 LC-No.	液晶性化合物 TP-No.	混合する 有機化合物	液晶性化合物 の含率 (%)	配向化温度 (°C)	等方性液体相 への転移温度 (°C)
1	55	-	100	130	183
2	55	A	83	67	83
3	55	B	90	127	153
4	55	B	80	93	116
5	55	C	80	85	127
6	85	-	100	171	211
7	85	B	80	120	153
8	85	D	80	137	174
9	85	E	90	139	172
10	85	E	80	109	158

【0079】 混合する有機化合物の構造を下記に示す。

【0080】

【化 20】



【0081】また、この表の配向化温度とは、配向膜上の組成物が塗布直後はほとんど無配向状態にあるが、ホットステージ上での加熱で、偏光顕微鏡のクロスニコル下、それまでの暗い視野が一様に明るく変化し、広範囲にモノドメインの一軸配向性を示し始める温度のことである。表1に示すように、混合する有機化合物の組み合わせにより、ディスコティック液晶相を維持したままで、配向化温度を種々に変えられることがわかる。

実施例3 (液晶性化合物を含む組成物による光学異方性材料)

以下、本発明の液晶化合物を含む組成物による光学異方性材料の作成法とその物性について説明する。ポリエーテルサルファンの100μm厚フィルム(住友ベークライト(株)製FS-1300、サイズ100mm×100mm)を基板とし、0.1μmのゼラチン下塗り層を設け、その上に配向膜としてポリアミック酸(日産化学(株)製SE-7210)を塗布し、180℃に焼成してポリイミド膜とした。このポリイミド膜をラビング機によりラビングして配向能を付与した。実施例2の表1に記載した液晶組成物LC-1、LC-6、LC-10を各々メチルエチルケトンに溶解し、10wt%の液をスピンドルコーターにより1000rpmで塗布し、ディスコティック液晶の無配向層を形成させた。これをフィルム状物A、B、Cとした。それらを各々所定の温度に加

熱し配向させた後、急冷し、これらの光軸傾斜角度 β 及び $\Delta n \cdot d$ をエリプソメトリーで測定した。測定には島津製作所製エリプソメーター(AEP-100)を透過モードにしてレタデーションの角度依存性を求め、その値から最適な3軸方向屈折率と光軸の方向を計算によって求めた。

フィルム状物A

TP-38は偏光顕微鏡観察によると、約130~183℃でディスコティックネマティック相を形成する。そこで、表面温度190℃に加熱した金属ローラーにフィルム状物Aを支持体側から10秒間接触させ、その後、表面温度170℃に加熱した金属ローラーに支持体側から30秒間接触させる。さらに連続して、表面温度20℃に調整した金属ローラーに10秒間接触させることにより、本発明の光学異方性材料を得た。このシートを偏光顕微鏡観察したところ、モノドメインの一軸配向、すなわちディスコティックネマティック相をとっていることが観察された。さらにエリプソメトリーの測定によって、光軸傾斜角度 β は35°で $\Delta n \cdot d = 125$ nmであった。

フィルム状物B

TP-85は偏光顕微鏡観察によると、約171~211℃でディスコティックネマティック相を形成する。そこで、表面温度180℃に加熱した金属ローラーにフィ

ルム状物Aを支持体側から50秒間接触させ、その後、表面温度20℃に調整した金属ローラーに10秒間接触させることにより、本発明の光学異方性材料を得た。このシートを偏光顕微鏡観察したところ、モノドメインの一軸配向、すなわちディスコティックネマティック相をとっていることが観察された。さらにエリプソメトリーの測定によって、光軸傾斜角度 β は70°で $\Delta n \cdot d = 155 \text{ nm}$ であった。

フィルム状物C

表1に記載したLC-10は偏光顕微鏡観察によると、約109~158℃でディスコティックネマティック相を形成する。そこで、表面温度115℃に加熱した金属ローラーにフィルム状物Aを支持体側から30秒間接触させ、その後、表面温度20℃に調整した金属ローラーに10秒間接触させることにより、本発明の光学異方性材料を得た。このシートを偏光顕微鏡観察したところ、モノドメインの一軸配向、すなわちディスコティックネマティック相をとっていることが観察された。さらにエリプソメトリーの測定によって、光軸傾斜角度 β は44°で $\Delta n \cdot d = 120 \text{ nm}$ であった。

実施例4 (TN型液晶表示素子の視野角拡大を目的とした位相差膜としての性能評価)

TACの127μm厚フィルム(富士タック、サイズ100mm×100mm)を基板とし、0.1μmのゼラチン下塗り層を設け、その上に配向膜として変性ポバールを塗布し、この膜をラビング機によりラビングして配向能を付与した。実施例2の表1に記載した液晶組成物LC-10をメチルエチルケトンに溶解し、10wt%の液をスピンコーラーにより1000rpmで塗布し、ディスコティック液晶の無配向層を形成させた。そこでフィルム状物Cと同様の方法すなわち、表面温度115℃に加熱した金属ローラーにそのフィルム状物を支持体側から30秒間接触させ、その後、表面温度20℃に調整した金属ローラーに10秒間接触させることにより、本発明の光学異方性材料を得た。このシートを偏光顕微鏡観察したところ、モノドメインの一軸配向、すなわちディスコティックネマティック相をとっていることが観察された。次に、液晶の異常光と常光の屈折率の差と液晶セルのギャップサイズの積が480nmで、ねじれ角が90度のTN型液晶セルに、上記のフィルム状物を装着し、液晶セルに対して0~5Vの30Hz矩形波におけるコントラストの角度依存性を大塚電子製LCD-500によって測定した。コントラスト10の位置を視野角と定義し、上下左右の視野角を求めた。また、正面から見た時のコントラスト比を測定した。ここで、上記フィルムを全く装着しないTN液晶のみの測定値を併記し

た。結果を下表2に示す。尚、図4において矢印は位相差膜におけるラビング方向、また、液晶セルにおけるラビング方向を表している。

【0082】

【表2】

位相差膜	視角特性	
	上-下	右-左
有り	75~79°	82~85°
無し	23~27°	33~36°

【0083】上表から明らかなように、本発明の光学補償シートを設けたLCDにおいては、視野角特性の著しい改善が達成されている。

【0084】

【発明の効果】本発明の液晶化合物またはその組成物は、湿式塗布・比較的低温加熱により、容易に一般的の液晶配向膜上でモノドメイン性の一軸配向状態の薄膜を形成する。この薄膜は光学的に異方性であり、液晶表示素子と共に用いることで位相差膜としてその視野角を改善することが可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】液晶セルに光が垂直に入射した場合の光の偏光状態を示した図である。

【図2】液晶セルに光が斜めに入射した場合の光の偏光状態を示した図である。

【図3】光学異方性材料の液晶表示素子用位相差膜への使用例を示した図である。

【図4】実施例における視野角特性を測定した時の偏光版の偏光軸、液晶セルのラビング方向、光学異方性シート配向膜のラビング方向の関係を示した図である。

【符号の説明】

TNC: TN型液晶セル

A、B: 偏光板

PA、PB: 側光軸

LO: 自然光

L1、L5: 直線偏光

L2: 液晶セルを通った後の変調光

L3、L4: 楕円偏光

LC: TN型液晶セルに十分に電圧を印加した時の液晶分子の配列状態

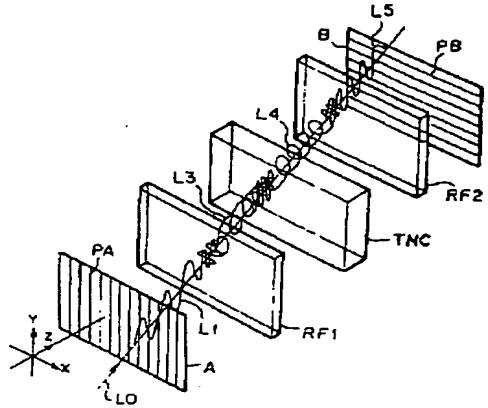
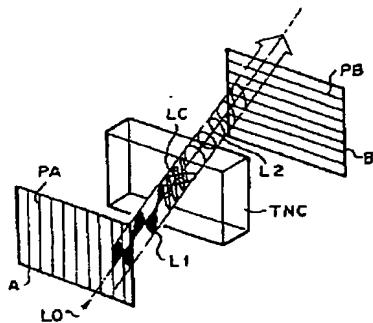
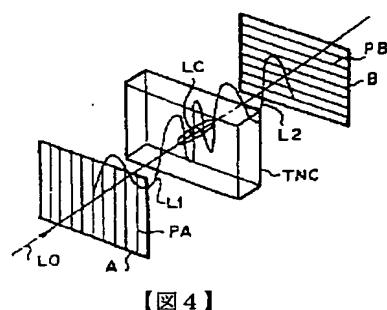
RF1、RF2: 液晶表示素子用位相差膜

BL: バックライト

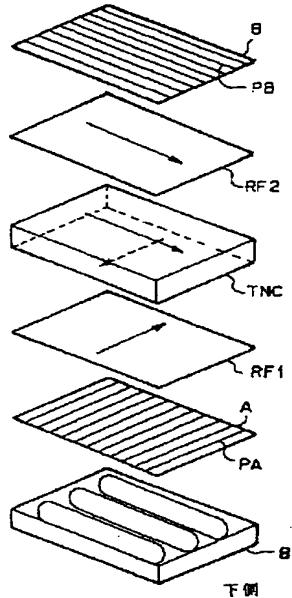
【図1】

【図2】

【図3】



上側（内蔵部側）



フロントページの続き

(72)発明者 岡崎 正樹
神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内